

СОГЛАСОВАНО

Заместитель директора
ФГБУ «ВНИИОФИ»



Е.А. Гаврилова

«13» января 2026 г.

**«ГСИ. Спектрометры рентгенофлуоресцентные универсальные Clever.
Методика поверки»**

МП 001.Д4-26

Главный метролог
ФГБУ «ВНИИОФИ»



С.Н. Негода

«13» января 2026 г.

Москва
2026 г.

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на Спектрометры рентгенофлуоресцентные универсальные Clever, выпускающиеся в модификациях Clever A-17, Clever C-31 (далее – спектрометры), предназначенные для измерений массовой доли элементов в различных веществах, которые могут находиться в твердом, жидком или порошкообразном состоянии, а также могут быть нанесены на поверхность либо осаждены на фильтр, и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверки.

По итогам проведения поверки должна обеспечиваться прослеживаемость к:

- государственному первичному эталону единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов (ГЭТ 196-2023) согласно государственной поверочной схеме, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 1569 от 07.08.2023, и/или государственному первичному эталону единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии ГЭТ 176-2019 согласно государственной поверочной схеме, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 148 от 19.02.2021.

Поверка спектрометров выполняется методом прямых измерений.

Метрологические характеристики спектрометров указаны в таблице 1.

Таблица 1 - Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений массовой доли элементов, %	от 10^{-4} до 99,9999
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли элементов, %	
в диапазоне от 10^{-4} до 10^{-2} % включ.	± 40
в диапазоне св. 10^{-2} до 1 % включ.	± 10
в диапазоне св. 1 до 10 % включ.	± 5
в диапазоне св. 10 до 99,9999 %	± 1
Предел допускаемого значения относительного среднеквадратического отклонения результатов измерений массовой доли элементов, % ¹⁾	0,2
Предел обнаружения для B_i в легкой матрице ²⁾ , %	$5 \cdot 10^{-5}$
¹⁾ для массовой доли элементов более 50 %;	
²⁾ легкая матрица – вода или пластмасса.	

2 Перечень операций поверки средства измерений

2.1 При проведении первичной и периодической поверок должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр средства измерений	Да	Да	7
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Да	Да	8
Проверка программного обеспечения средства измерений	Да	Да	9
Определение метрологических характеристик средства измерений	Да	Да	10
Определение относительного среднеквадратического отклонения результатов измерений массовой доли элементов	Да	Да	10.1
Проверка диапазона измерений массовой доли элементов, определение относительной погрешности измерений массовой доли элементов	Да	Да	10.2
Определение предела обнаружения B_i в легкой матрице	Да	Нет	10.3
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Да	Да	11

2.2 При получении отрицательных результатов при проведении хотя бы одной операции поверка прекращается.

3 Требования к условиям проведения поверки

3.1 При проведении поверки следует соблюдать следующие условия:

- температура окружающего воздуха от плюс 15 °С до плюс 25 °С;
- относительная влажность не более 70 %;
- атмосферное давление от 80 до 105 кПа.

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К проведению поверки допускаются лица:

- прошедшие обучение на право проведения поверки по требуемому виду измерений и знающие основы метрологического обеспечения средств измерений;
- изучившие настоящую методику поверки и руководство по эксплуатации (далее – РЭ) на спектрометры.

4.2 Поверку средства измерений осуществляют аккредитованные в области обеспечения единства измерений юридические лица и индивидуальные предприниматели.

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

5.1 При проведении первичной и периодической поверок применяются средства поверки, указанные в таблице 3.

Таблица 3 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п.8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне от плюс 15 °С до плюс 25 °С с абсолютной погрешностью $\pm 0,2$ °С; Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 5 % до 97 % с абсолютной погрешностью ± 3 %; Средства измерений атмосферного давления в диапазоне от 80 до 110 кПа с абсолютной погрешностью $\pm 0,13$ кПа	Измеритель параметров микроклимата «Метеоскоп-М», рег. № 32014-11
п.10.1 Определение относительного среднеквадратического отклонения результатов измерений массовой доли элементов	Стандартные образцы, представляющие собой рабочий эталон 2-го разряда по государственной поверочной схеме, утвержденной Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 148 от 19.02.2021 «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах» или рабочий эталон по государственной поверочной схеме, утвержденной Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 1569 от 07 августа 2023 г. «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов, а также флуоресценции в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов». Диапазон измерений массовой доли элементов от 0,5 до 99,9999 %, границы допускаемой абсолютной погрешности аттестованного значения массовой доли элементов стандартного образца не более $\pm 0,15$ %	ГСО 10879-2017 Стандартные образцы состава латуни марки Л9 (комплект VSLT1)¹⁾
п.10.2 Проверка диапазона измерений массовой доли элементов, определение относительной погрешности измерений массовой доли элементов	Стандартные образцы, представляющие собой рабочий эталон 2-го разряда по государственной поверочной схеме, утвержденной Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 148 от 19.02.2021 «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах», или рабочий эталон по государственной поверочной схеме, утвержденной Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 1569 от 07 августа 2023 г. «Об утверждении	ГСО 10879-2017 Стандартные образцы состава латуни марки Л9 (комплект VSLT1)¹⁾ ГСО 10504-2014 Стандартные образцы сталей углеродистых и легированных типов 13X, 55C2, 05кп, 38X2МЮА, 60C2, 38X2H2МА, 36X2H2МФА, 30XH2МФА, Св-

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	государственной поверочной схемы для средств измерений массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов, а также флуоресценции в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов». Диапазон измерений массовой доли элементов от 10^{-4} до 99,9999 %, границы допускаемой относительной погрешности аттестованного значения массовой доли элементов стандартного образца не более: $\pm 0,5$ % в диапазоне св. 10 до 99,9999 %; $\pm 2,5$ % в диапазоне св. 1 до 10 % включ.; ± 5 % в диапазоне св. 10^{-2} до 1 % включ.; ± 20 % в диапазоне от 10^{-4} до 10^{-2} % включ.	08ХГ2С, 30 и В2Ф (комплект ИСО УГ0к - ИСО УГ9к)¹⁾ ГСО 11743-2021 Стандартные образцы состава цементируемой теплоустойчивой подшивниковой стали ВКС17 (комплект)¹⁾
п. 10.3 Определение предела обнаружения V_i в легкой матрице	Стандартные образцы, представляющие собой рабочий эталон 2-го разряда по государственной поверочной схеме, утвержденной Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 148 от 19.02.2021 «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах» Массовая концентрация висмута от 0,95 до 1,05 мг/см³, границы допускаемой относительной погрешности аттестованного значения массовой концентрации висмута не более ± 1 % Вода для лабораторного анализа 2 степени чистоты по ГОСТ Р 52501-2005 Вспомогательное оборудование: Дозаторы механические одноканальные. Диапазон объемов дозирования от 1000 до 10000 мкл; допускаемое относительное отклонение среднего арифметического значения фактического объема дозы от номинального при температуре (22 ± 2) °С не более $\pm 5,0$ % Кюветы для жидких образцов, внешним диаметром 39,4 мм, высотой 22,4 мм, совместимые со спектрометром	ГСО 8463-2003 Стандартный образец состава ионов висмута¹⁾ Вода для лабораторного анализа 2 степени чистоты по ГОСТ Р 52501-2005 Дозатор механический одноканальный ВЮНТ, рег. № 36152-12 Кювета Chemplex 1440 XRF Sample Cup

¹⁾ далее по тексту – стандартные образцы

5.2 Допускается применение других средств поверки, не приведенных в таблице 3, но обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемого средства измерений с требуемой точностью.

5.3 Средства поверки должны быть аттестованы (поверены) в установленном порядке.

6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1 При проведении поверки следует соблюдать требования, установленные ГОСТ 12.1.040-83, правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок, указанными в приложении к приказу Министерства труда и социальной защиты РФ от 15.12.2020 № 903н. Воздух рабочей зоны должен соответствовать ГОСТ 12.1.005-88 при температуре помещения, соответствующей климатическим условиям для легких физических работ.

6.2 Помещение, в котором проводится поверка, должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

6.3 При проведении поверки должны быть соблюдены требования безопасности, приведенные в РЭ на спектрометры.

7 Внешний осмотр средства измерений

7.1 Проверку внешнего вида спектрометра проводят путем визуального осмотра. Проводят сравнение фотографических изображений, приведенных в описании типа на данный спектрометр, и образца, представленного на поверку.

7.2 Провести визуальный осмотр спектрометра на отсутствие видимых повреждений, влияющих на его работоспособность. Убедиться в наличии маркировки с ясным указанием типа и серийного номера спектрометра.

7.3 Проверить комплектность спектрометра (без запасных частей и расходных материалов) на соответствие требованиям, указанным в описании типа на данный спектрометр.

7.4 Спектрометр считают прошедшим операцию поверки, если:

- внешний вид спектрометра соответствует изображениям, указанным в описании типа на данный спектрометр;
- корпус, внешние элементы, элементы управления и индикации не повреждены;
- комплектность соответствует разделу «Комплектность», указанному в описании типа на данный спектрометр;
- маркировка спектрометра содержит сведения о типе и серийном номере прибора.

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Проверить соответствие условий окружающей среды условиям, указанным в п. 3.1, с помощью средств измерений температуры окружающей среды, влажности, давления, указанных в таблице 3.

8.2 Опробование спектрометра включает в себя следующие операции:

- проверка выхода на рабочий режим.

8.2.1 Подготовить поверяемый спектрометр к работе согласно его РЭ. Проверка выхода на рабочий режим проводится путём включения спектрометра в соответствии с указаниями, приведёнными в РЭ. Запустить программное обеспечение спектрометра (далее – ПО). Прогреть спектрометр не менее 15 минут.

8.2.2 Проверить готовность спектрометра к работе, для этого в верхней строке меню ПО выбрать «Сервис» - «Состояние прибора». В открывшемся окне появится информация о

состоянии спектрометра. При готовности спектрометра к работе напротив графы «Температура детектора, К» будет отображен статус «Готов» (рисунок 1).

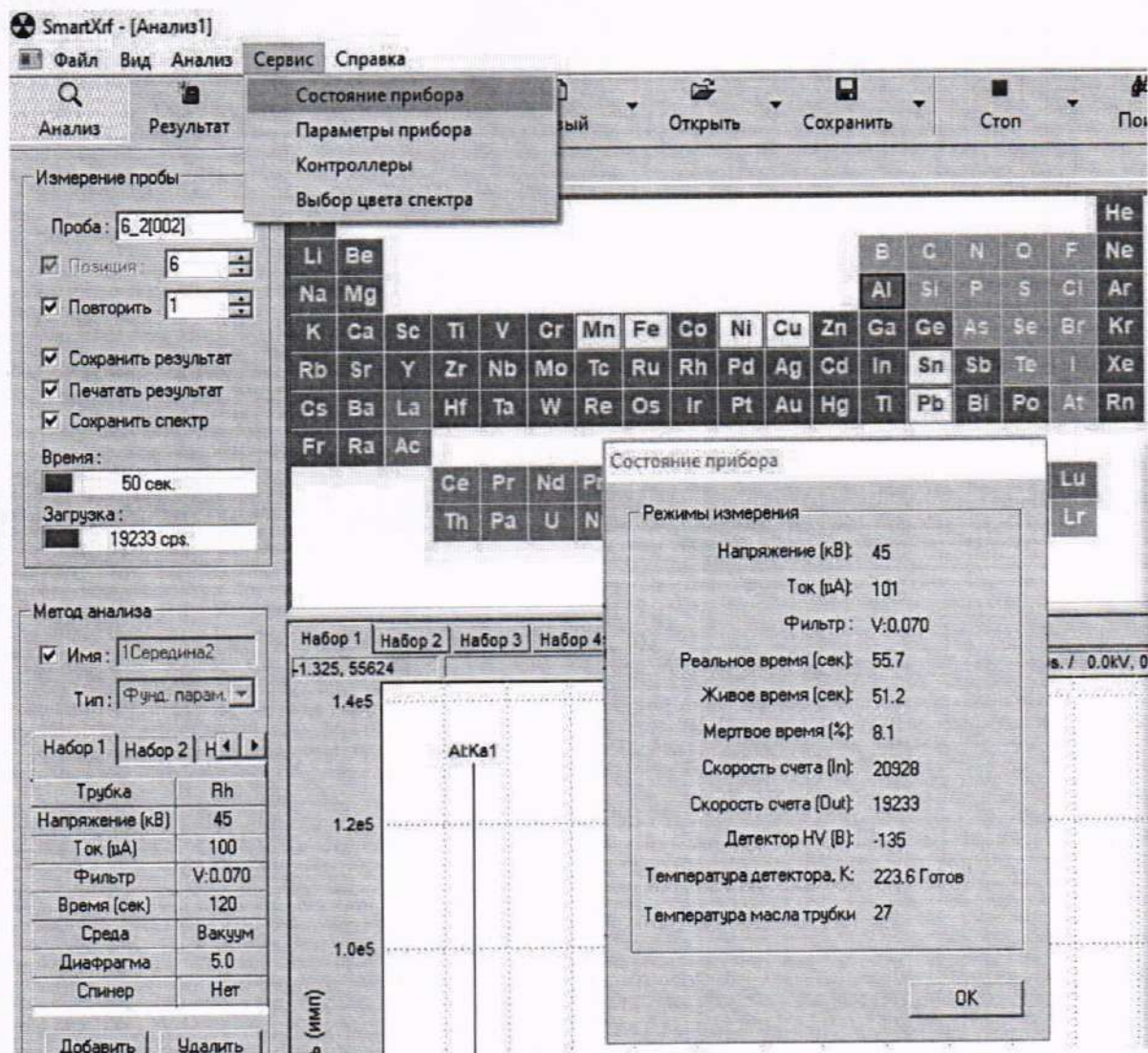


Рисунок 1 – Визуализация п. 8.2.2

8.3 Спектрометр считают прошедшим операцию поверки, если:

– спектрометр вышел на рабочий режим в полном соответствии с РЭ, отсутствуют сообщения об ошибках при запуске спектрометра.

9 Проверка программного обеспечения средства измерений

9.1 Проверить соответствие идентификационных данных ПО сведениям, приведенным в описании типа на спектрометр.

9.2 Для просмотра идентификационных данных ПО спектрометров необходимо в верхней строке меню ПО выбрать «Справка» - «О программе». На экране в открывшемся окне отобразится наименование и номер версии ПО (рисунок 2).



Рисунок 2 – Проверка версии ПО

9.3 Спектрометр считается прошедшим операцию поверки с положительным результатом, если идентификационные данные ПО соответствуют значениям, приведенным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	SmartXRF
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	2.25
Цифровой идентификатор ПО	-

10 Определение метрологических характеристик средства измерений

10.1 Определение относительного среднеквадратического отклонения результатов измерений массовой доли элементов

10.1.1 Подготовить для проведения измерений стандартный образец с аттестованным значением массовой доли элементов более 50 %.

10.1.2 Установить стандартный образец на измерительную платформу спектрометра.

10.1.3 Для измерения массовой доли элементов установить слева в рабочем окне ПО режимы измерений (напряжение (U), фильтр (F), среда (A)), ориентируясь на всплывающие окна при наведении курсора мыши на измеряемый элемент во вкладке ПО «Анализ» - «Таблица» (рисунок 3). Например, при проведении измерений:

никеля, меди установить слева в рабочем окне ПО следующие параметры: напряжение 35 кВ, фильтр V, среда воздух, подобрать диафрагму и ток так, чтобы загрузка детектора была в районе 30 000 – 40 000 имп./с, но ток не более 500 мкА, время 300 с;

свинца - напряжение 45 кВ, фильтр Cu, среда воздух, подобрать диафрагму и ток так, чтобы загрузка детектора была в диапазоне 30 000 – 40 000 имп./с, но ток не более 500 мкА, время 200 с.

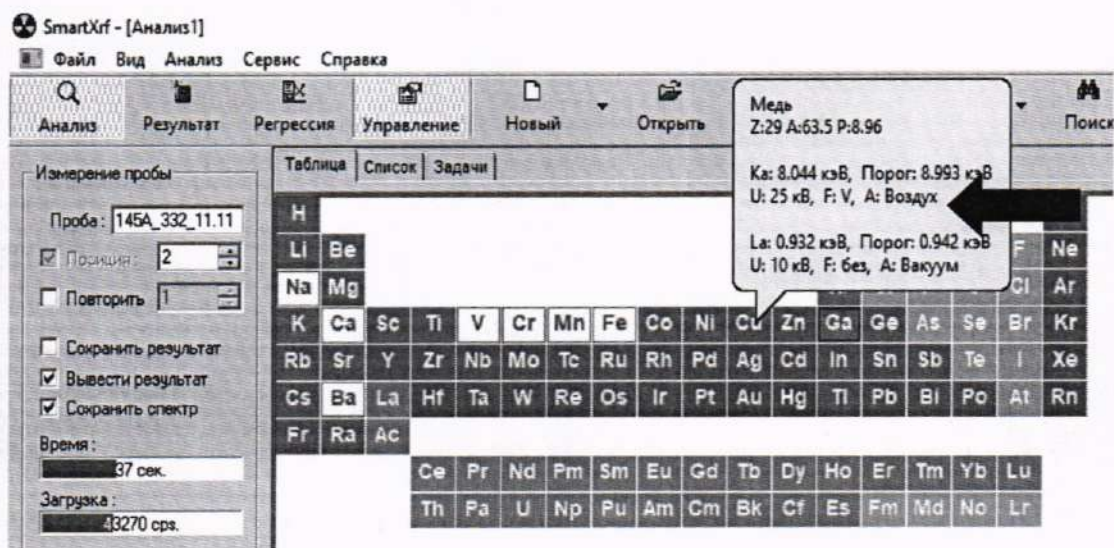


Рисунок 3 – Визуализация п. 10.1.3

10.1.4 Далее необходимо создать метод регрессии для чего последовательно выполнить действия, описанные ниже.

10.1.4.1 Слева в рабочем окне ПО в поле «Проба» ввести имя, установить флаг «Повторить», в поле рядом ввести «3», установить флаг «Сохранить спектр», «Вывести результат», в поле «Позиция» указать номер позиции платформы спектрометра, в которой установлен измеряемый стандартный образец. Проверить в поле «Тип» - «Фунд. парам.».

10.1.4.2 Запустить измерение нажатием кнопки «Пуск»

Пуск

10.1.4.3 Проверить, чтобы интенсивность пика самой интенсивной аналитической линии элемента была более 3 000 000 (общая интенсивность пика аналитической линии есть произведение значения Интенсивности (cps) и времени измерения).

10.1.4.4 По окончании измерений открыть полученные спектры стандартного образца для чего нажать кнопку «Открыть» - «Спектр». В открывшемся окне выбрать измеренный спектр, нажать «Открыть» (рисунок 4).

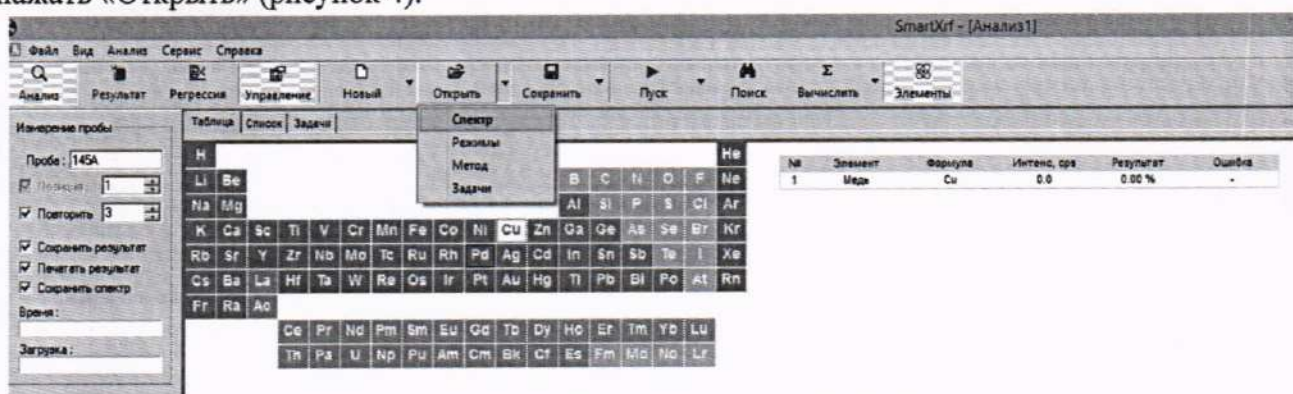


Рисунок 4 – Визуализация п. 10.1.4.4

10.1.4.5 Из спектра создать спектр фона: в верхней строке меню ПО выбрать «Анализ» - «Вычислить» - «Получить фоновую подложку» и сохранить как «Фон...» (рисунок 5).

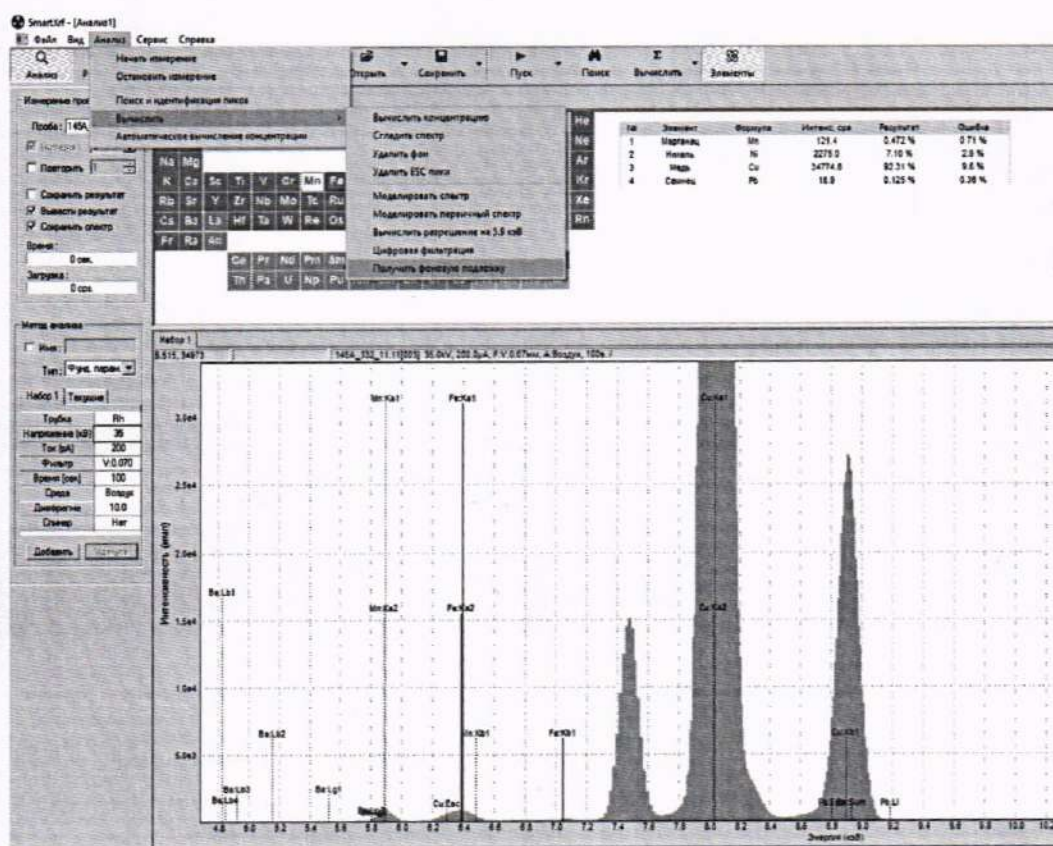


Рисунок 5 – Визуализация п. 10.1.4.5

10.1.4.6 Во вкладке меню ПО «Анализ» в таблице Менделеева выбрать измеряемый элемент. Перейти во вкладку «Список». Установить параметр «Площадь пика» на «Общая» в раскрывающемся списке (рисунок 6).

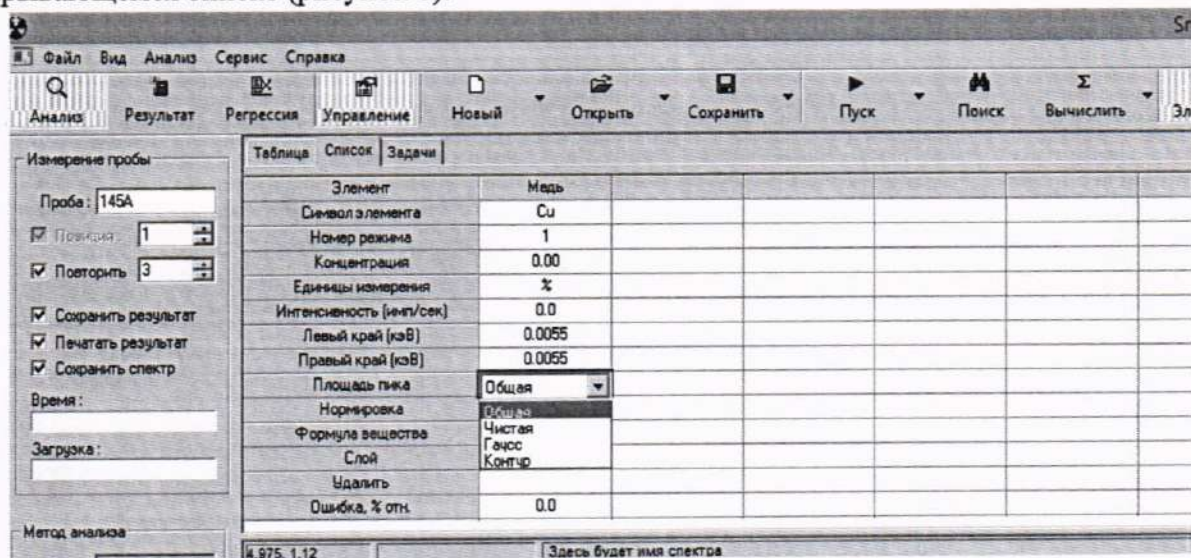


Рисунок 6 – Визуализация п. 10.1.4.6

10.1.4.7 Скорректировать в спектре область элемента, чтобы она захватывала пик почти полностью (рисунок 7).

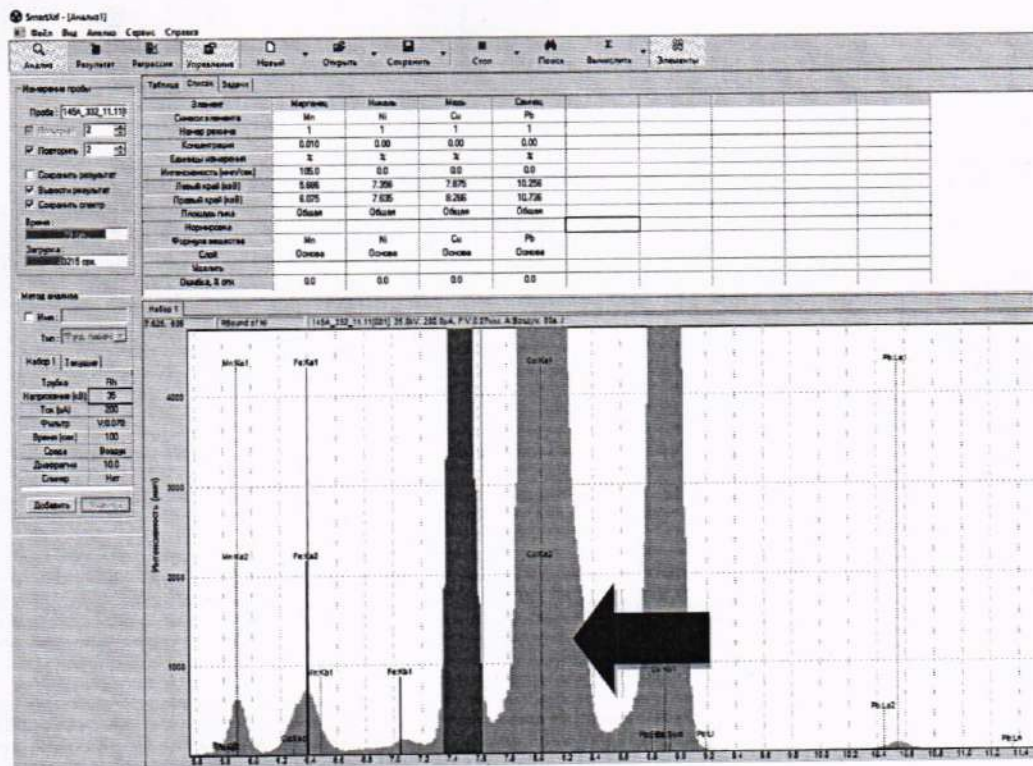


Рисунок 7 – Визуализация п. 10.1.4.7

10.1.4.8 Проверить, что слева в окне задания параметров измерений установлены параметры измерений, соответствующие выбранному элементу. Ввести имя метода и переключить поле «Тип» на «Регрессия».

10.1.4.9 Перейти во вкладку меню ПО «Регрессия». На панели инструментов нажать «Стандарты». Удерживая кнопку «Ctrl», выбрать полученные ранее спектры и сохраненные спектры фона. При сообщении «Заменить список стандартов» нажать «Да». Во вкладке «Концентрация» ввести концентрации определяемого элемента для спектров – из паспорта стандартного образца, для спектров фона – 0.0 (рисунок 8).

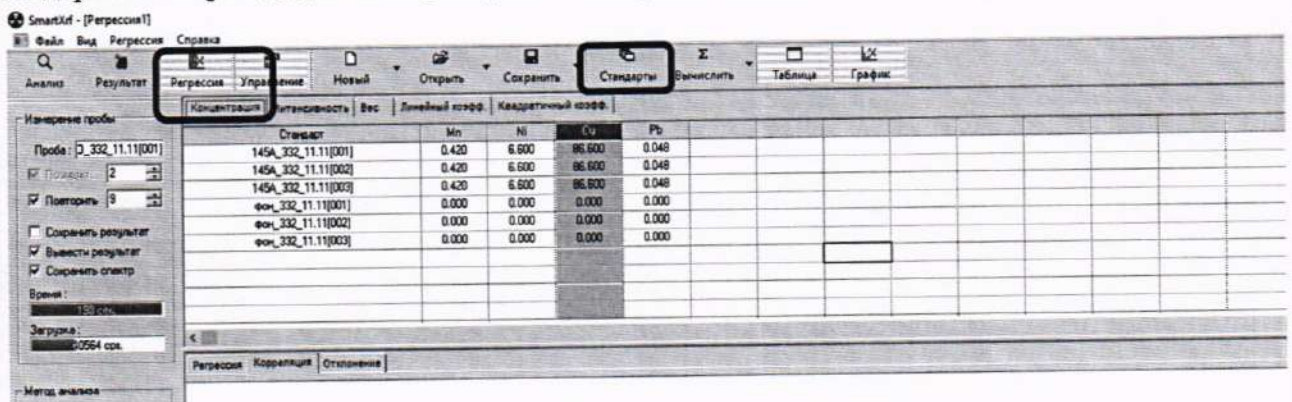


Рисунок 8 – Визуализация п. 10.1.4.9

10.1.4.10 Перейти во вкладку «Интенсивность», нажать кнопку «Вычислить», в раскрывающемся списке выбрать «Интенсивность». В таблице появятся значения интенсивности измеряемого элемента (рисунок 9).

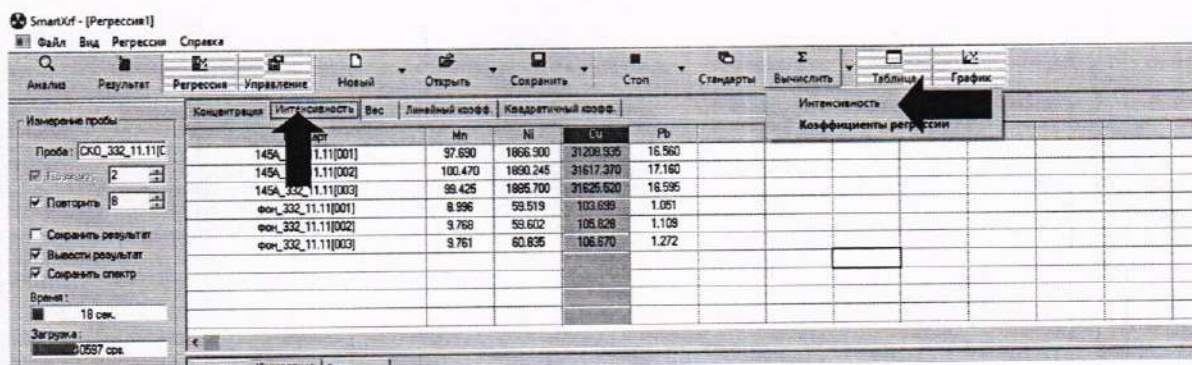


Рисунок 9 – Визуализация п. 10.1.4.10

10.1.4.11 Перейти во вкладку «Линейный коэфф.». Правой кнопкой мыши установить коэффициенты для расчета (появятся красные нули). Если есть значения черного цвета, удалить их. Нужно установить коэффициенты для фона всех элементов, на пересечении строки и столбца с названием элемента. Нажать кнопку «Вычислить», в раскрывающемся списке выбрать «Коэффициенты регрессии». В таблице появятся значения и график. Нажать кнопку «Сохранить» - «Метод» (рисунок 10).

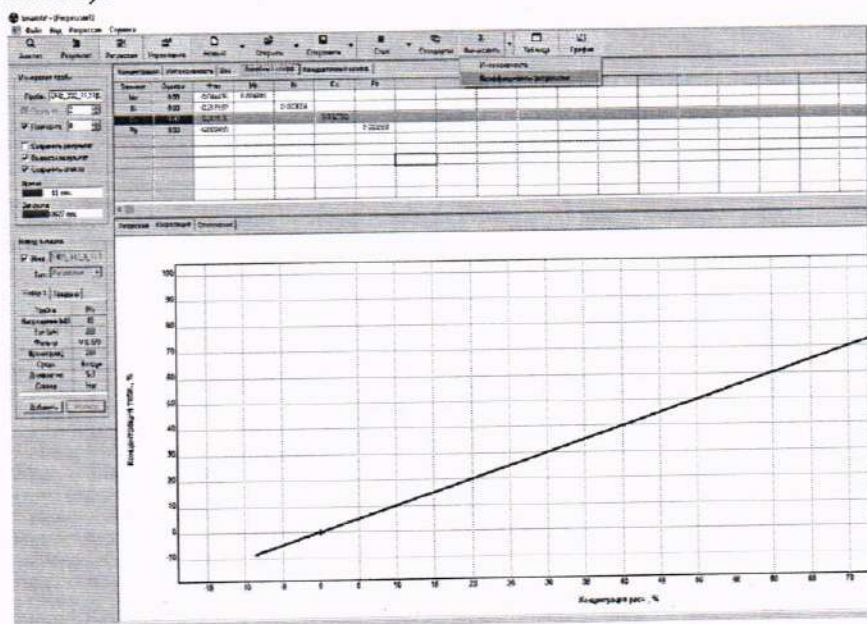
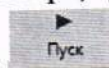


Рисунок 10 – Визуализация п. 10.1.4.11

10.1.5 Проверить имя и тип метода слева в поле установления параметров измерений. Ввести имя пробы, установить флаг «Повторить», в поле рядом ввести количество повторений равное 10, установить флаг «Сохранить спектр», установить флаг «Вывести результат».

Запустить измерение нажатием кнопки «Пуск».



10.1.6 По окончании проведения измерений перейти во вкладку «Результат». Записать полученные результаты измерений массовой доли элемента в протокол поверки (рисунок 11). Результаты измерений можно скопировать в файл Excel для дальнейшей обработки, для этого выделить результаты левой кнопкой мыши, затем нажатием правой кнопкой мыши выбрать из раскрывающегося списка «Копировать в буфер», затем вставить в файл Excel.

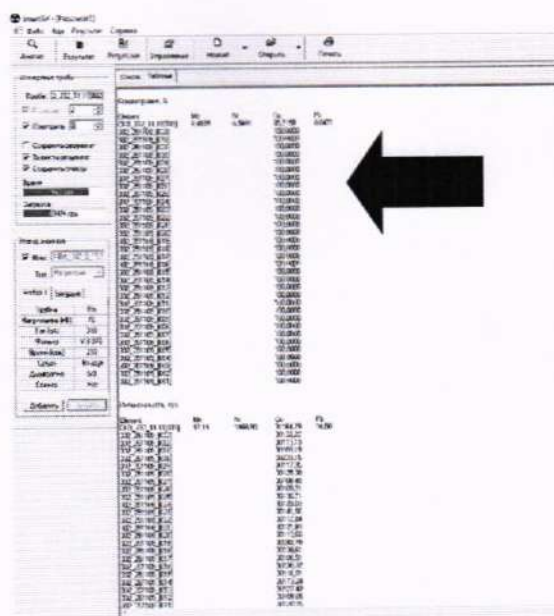


Рисунок 11 – Визуализация п. 10.1.6

10.1.7 Провести обработку результатов измерений в соответствии с п. 11.1.

10.2 Проверка диапазона измерений массовой доли элементов, определение относительной погрешности измерений массовой доли элементов

10.2.1 Проверку диапазона измерений массовой доли элементов совмещают с определением относительной погрешности измерений массовой доли элементов. Подготовить стандартные образцы с аттестованными значениями массовой доли химических элементов, указанными в их паспортах, согласно диапазону измерений массовой доли элементов спектрометра. Для каждого поддиапазона измерений массовой доли элементов должны быть проведены измерения не менее, чем для одного стандартного образца.

10.2.2 Установить стандартные образцы на измерительную платформу спектрометра.

10.2.3 Для измерений массовой доли элементов установить слева в рабочем окне ПО режимы измерений (напряжение (U), фильтр (F), среда (A)) аналогично п. 10.1.3 методики поверки.

10.2.4 Повторить п. 10.1.4.1 – 10.1.4.2, п. 10.1.4.4 – 10.1.4.11 для всех измеряемых элементов.

10.2.5 Проверить имя и тип метода слева в поле установления параметров измерений. Ввести имя пробы, установить флаг «Повторить», в поле рядом ввести количество повторений равное 5, установить флаг «Сохранить спектр», установить флаг «Вывести результат», Запустить измерение нажатием кнопки «Пуск» .

10.2.6 По окончании проведения измерений перейти во вкладку «Результат». Записать полученные результаты измерений массовой доли элементов в протокол поверки и сохранить для дальнейшей обработки в формате Excel.

10.2.7 Провести обработку результатов измерений в соответствии с п. 11.2.

10.3 Определение предела обнаружения V_i в легкой матрице

10.3.1 Подготовить для проведения измерений воду для лабораторного анализа 2 степени чистоты по ГОСТ Р 52501-2005 (далее по тексту – вода) и стандартный образец ионов висмута.

10.3.2 Разместить с помощью дозатора в кюветы для жидких образцов воду и стандартный образец ионов висмута. Объем воды и стандартного образца ионов висмута для проведения

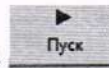
измерений на спектрометре модификации Clever A-17 составляет 10 мл, для модификации Clever C-31 – 3 мл.

10.3.3 Установить кюветы с водой и стандартным образцом ионов висмута на измерительную платформу спектрометра.

10.3.4 Установить слева в рабочем окне ПО следующие параметры: напряжение 50 кВ, фильтр Ag, среда воздух, подобрать диафрагму и ток так, чтобы загрузка детектора была в диапазоне 30 000 – 40 000 имп./с, но ток не более 600 мкА, время 300 с.

10.3.5 В поле «Проба» ввести имя, установить флаг «Повторить», в поле рядом ввести «1», установить флаг «Сохранить спектр», «Вывести результат», в поле «Позиция» указать номер позиции платформы спектрометра, в которой установлен измеряемый стандартный образец. Проверить в поле «Тип» - «Фунд. парам.».

10.3.6 Запустить измерение нажатием кнопки «Пуск»



10.3.7 По окончании измерений открыть полученные спектры воды и стандартного образца ионов висмута, для чего нажать кнопку «Открыть» - «Спектр». В открывшемся окне выбрать измеренный спектр, нажать «Открыть».

10.3.8 Во вкладке «Анализ» в таблице Менделеева выбрать «Bi». Скорректировать в спектре область элемента, чтобы она захватывала пик почти полностью. Затем нажать кнопку «Вычислить», в раскрывающемся списке выбрать «Вычислить концентрацию». В таблице появятся измеренные значения интенсивности аналитической линии висмута соответственно в воде и стандартном образце (рисунок 12). Записать полученные результаты в протокол поверки.

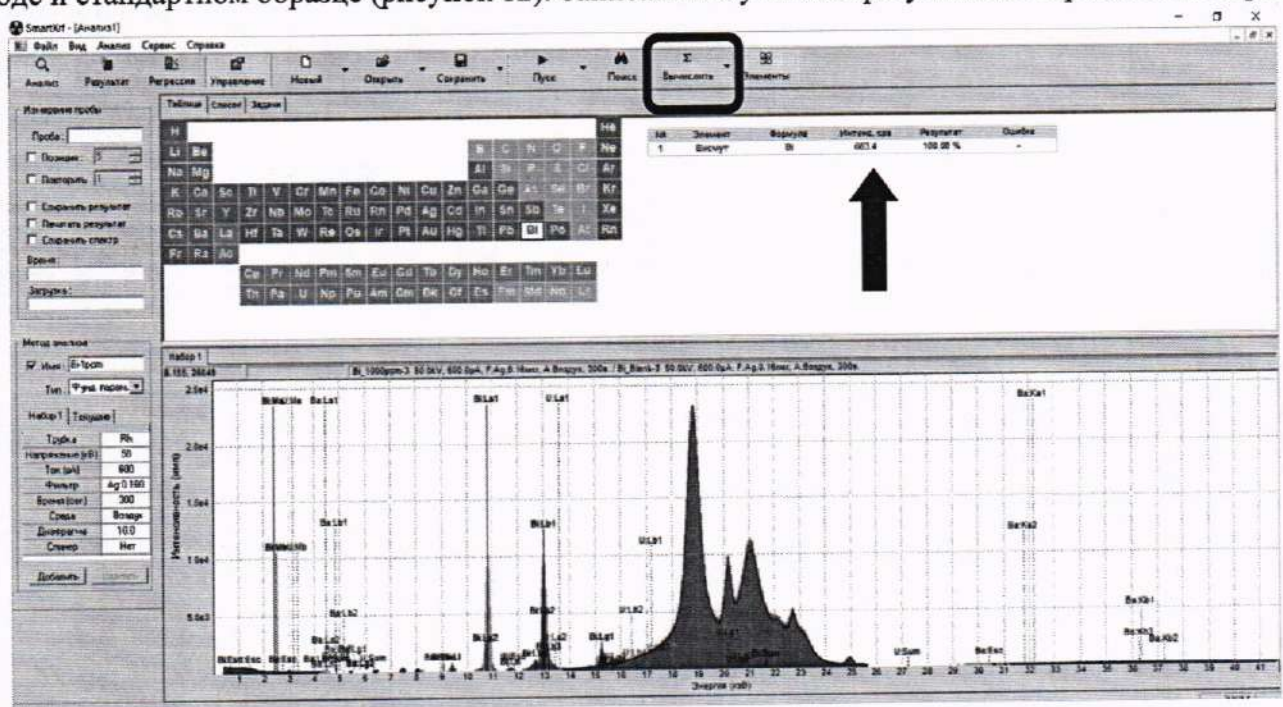


Рисунок 12 – Визуализация п. 10.3.8

10.3.9 Провести обработку результатов измерений в соответствии с п. 11.3.

11 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

11.1 Расчет относительного среднеквадратического отклонения результатов измерений массовой доли элементов

11.1.1 Рассчитать среднее арифметическое значение массовой доли измеренного элемента, $\bar{C}$, %, полученное согласно п.10.1 методики поверки, по формуле

$$\bar{C} = \frac{\sum_{i=1}^n C_i}{n}, \quad (1)$$

где C_i – измеренное значение массовой доли химического элемента, %;
 n – количество повторов измерений на спектрометре.

11.1.2 Рассчитать значение относительного среднеквадратического отклонения измерений массовой доли измеренного элемента, σ_c , %, по формуле

$$\sigma_c = \frac{100}{\bar{C}} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (C_i - \bar{C})^2}{(n-1)}}. \quad (2)$$

11.1.3 Спектрометр считается выдержавшим операцию поверки с положительным результатом, если полученные значения относительного среднеквадратического отклонения измерений массовой доли элементов не более 0,2 %.

11.2 Расчет относительной погрешности измерений массовой доли элементов

11.2.1 Рассчитать среднее арифметическое значение массовой доли каждого измеренного элемента, полученное по результатам измерений согласно п. 10.2 методики поверки, в соответствии с формулой (1).

11.2.2 Рассчитать относительную погрешность измерений массовой доли каждого элемента образца по формуле

$$\delta = \frac{\bar{C} - C_3}{C_3} \cdot 100, \quad (3)$$

где C_3 – аттестованное значение массовой доли элемента, взятое из паспорта стандартного образца, %.

11.2.3 Спектрометр считается выдержавшим операцию поверки с положительным результатом, если:

- диапазон измерений массовой доли элементов составляет от 10^{-4} % до 99,9999 %;
- полученные значения относительной погрешности измерений массовой доли элементов не более:

- ± 1 % в диапазоне св. 10 до 99,9999 %;
- ± 5 % в диапазоне св. 1 до 10 % включ.;
- ± 10 % в диапазоне св. 10^{-2} до 1 % включ.;
- ± 40 % в диапазоне от 10^{-4} до 10^{-2} % включ.

11.3 Расчет предела обнаружения V_i в легкой матрице

11.3.1 Рассчитать предел обнаружения висмута, %, по результатам измерений, полученным согласно п. 10.3 методики поверки по формуле

$$C_{\text{обн.}} = \frac{C_{\text{CO}} \cdot 0,1 \cdot 3 \cdot \sqrt{N_{\text{вода}}}}{N_{\text{CO}}}, \quad (4)$$

где C_{CO} – массовая концентрация висмута, указанная в паспорте стандартного образца мг/см³;

$N_{\text{вода}}$ – общая интенсивность аналитической линии висмута в воде;

N_{CO} – общая интенсивность аналитической линии висмута в стандартном образце.

Общая интенсивность аналитической линии висмута в воде или в стандартном образце рассчитывается по формуле

$$N_{\text{вода/CO}} = I_i \cdot t_i, \quad (5)$$

где I_i – скорость счета пика аналитической линии висмута соответственно в воде и стандартном образце, имп./с;

t_i – время измерения, с.

11.3.2 Спектрометр считается выдержавшим операцию поверки с положительным результатом, если рассчитанное значение предела обнаружения висмута не более $5 \cdot 10^{-5} \%$.

12 Оформление результатов поверки

12.1 Результаты поверки оформляются протоколом поверки. Рекомендуемая форма протокола поверки приведена в приложении А. Протокол может храниться на электронных носителях.

12.2 Сведения о результатах поверки (как положительные, так и отрицательные) передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

12.3 По заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, с учетом требований методики поверки аккредитованное на поверку лицо, проводившее поверку, в случае положительных результатов поверки (подтверждено соответствие средства измерений метрологическим требованиям) выдает свидетельство о поверке, оформленное в соответствии с требованиями к содержанию свидетельства о поверке, утвержденными приказом Министерства промышленности и торговли Российской Федерации от 31.07.2020 № 2510. Нанесение знака поверки на спектрометры не предусмотрено.

12.4 По заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, с учетом требований методики поверки аккредитованное на поверку лицо, проводившее поверку, в случае отрицательных результатов поверки (не подтверждено соответствие средства измерений метрологическим требованиям) выдает извещения о непригодности к применению средства измерений.

Начальник отдела Д-4

Начальник сектора отдела Д-4

Старший научный сотрудник отдела Д-4

Ведущий инженер отдела Д-4



Иванов А.В.

Грязских Н.Ю.



Ермакова Я.И.



Полунина Е.П.

Приложение А

(Рекомендуемое)

к МП 001.Д4-26 «ГСИ. Спектрометры рентгенофлуоресцентные универсальные Clever.

Методика поверки»

Форма протокола поверки

ПРОТОКОЛ ПЕРВИЧНОЙ ПЕРИОДИЧЕСКОЙ ПОВЕРКИ

Спектрометр рентгенофлуоресцентный универсальный Clever, модификация

(наименование, тип СИ и модификации в соответствии с описанием типа, в единственном числе, регистрационный №)

Серийный номер:

Год выпуска:

Изготовитель:

Владелец СИ:

Применяемые средства поверки:

Место проведения поверки:

Применяемая методика поверки:

МП 001.Д4-26 «ГСИ. Спектрометры
рентгенофлуоресцентные универсальные Clever.
Методика поверки»

Условия поверки:

- температура окружающей среды, °С:
- относительная влажность воздуха, %:
- атмосферное давление, кПа:

Проведение поверки:

1. Внешний осмотр:
2. Подготовка к поверке и опробование:
3. Проверка программного обеспечения:
4. Определение метрологических характеристик:

Таблица А.1 – Таблица определения относительного среднеквадратического отклонения результатов измерения массовой доли элемента

Образец	
Элемент	
1	
2	
3	
4	
5	
6	
7	
8	
9	
10	
$\bar{C}, \%$	
$\sigma_C, \%$	

Таблица А.2 – Таблица определения относительной погрешности измерений массовой доли элементов

Образец					
Элемент					
1					
2					
3					
4					
5					
$\bar{C}, \%$					
$C_z, \%$					
$\delta, \%$					

Таблица А.3 – Таблица определения предела обнаружения B_i в легкой матрице

$C_{CO}, \text{мг/см}^3$	$N_{\text{вода}}$	N_{CO}	$C_{\text{обн.}}, \%$

Таблица А.4 – Метрологические характеристики

Метрологическая характеристика	Требования описания типа	Результат (соответствие)
Диапазон измерений массовой доли элементов, %	от 10^{-4} до 99,9999	
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли элементов, %		
в диапазоне от 10^{-4} до $10^{-2} \%$ включ.	± 40	
в диапазоне св. 10^{-2} до 1 % включ.	± 10	
в диапазоне св. 1 до 10 % включ.	± 5	
в диапазоне св. 10 до 99,9999 %	± 1	
Предел допускаемого значения относительного среднеквадратического отклонения результатов измерений массовой доли элементов, % ¹⁾	0,2	
Предел обнаружения для B_i в легкой матрице ²⁾ , %	$5 \cdot 10^{-5}$	

¹⁾ для массовой доли элементов более 50 %;

²⁾ легкая матрица – вода или пластмасса.

5. Заключение по результатам поверки:

по результатам поверки средство измерений Спектрометр рентгенофлуоресцентный универсальный Clever, модификация _____, сер.№ _____ соответствует (не соответствует) метрологическим характеристикам, указанным в описании типа средства измерений, и признается пригодным (не пригодным) к применению.

Начальник отдела:

Дата поверки:

Поверитель:

Подпись

Фамилия И.О.

Подпись

Фамилия И.О.